

Espacenet

Bibliographic data: JP 2000169233 (A)

WET CLEANING OF SILICON CARBIDE SINTERED PRODUCT

Publication date: 2000-06-20
Inventor(s): OOTSUKI MASAMI; WADA HIROAKI ±
Applicant(s): BRIDGESTONE CORP ±
Classification: - **international:** C04B35/565; C04B41/53; H01L21/304; (IPC1-7): C04B35/565; H01L21/304
- **European:** C04B41/53B
Application number: JP19980348701 19981208
Priority number(s): JP19980348701 19981208
Also published as: • JP 4188473 (B2)

Abstract of JP 2000169233 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To simply and easily remove organic impurities and inorganic ones both existing on the surface of and near the surface of a silicon carbide sintered product by washing it through the sequential immersion treatment of the sintered product in a quasi-aqueous organic solvent, an aqueous ammonium solution, an aqueous inorganic acid solution and deionized water. **SOLUTION:** This method for the wet cleaning of a silicon carbide sintered product is to sequentially subject the sintered product to the following treatment so as to wash it and to make the washing degree on its surface become the level of $<1 \times 10^{11}$ atoms/cm²: (1) removing organic impurities adhered to the surface of and near the surface of the sintered product by soaking it in a quasi-aqueous organic solution for 2-60 min; (2) soaking it in an aqueous ammonium solution having 25-35 dynes/cm surface tension for 5-120 min; (3) removing metallic impurities on its surface of and near its surface by soaking it in an aqueous inorganic acid solution having 0.3-68 wt.% concentration for 5-120 min; (4) soaking it in deionized water having ≤ 100 ppt impurity and 16-18 MΩ·cm resistivity for 2-60 min in an overflowing state.; At least one of the processes preferably is conducted in a state that ultrasonic vibration is applied to the aqueous solution and the aqueous solution of at least one of the processes preferably shows ≥ 30 deg.C.

Translation of Relevant Parts of References

Machine translation of Reference 1 (JP-A-2000-169233)

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. **** shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

[0015]

A wet cleaning method of a silicon carbide sintered compact given in either of aforementioned <1>- <6> to which <7> inorganic acid solutions is characterized by being fluoric acid solution, a nitric acid solution, sulfuric acid solution, a hydrochloric acid aqueous solution, hydrogen peroxide solution, ozone water, or these mixed acid aqueous solutions

[0017]

The wet cleaning method of the silicon carbide sintered compact of this invention can use the degree of surface washing applicable to semiconductor various components and electronic parts (impurity coating weight) even as the level of less than 1×10^{11} atoms/cm² for a silicon carbide sintered compact.

[0028]

The process immersed in said inorganic acid solution is a process of removing the surface of a silicon carbide sintered compact, and the metal impurity near the surface.

Table 1

impurity	un-cleaned	Example 1	Example 2	Example 3	Example 4	Example 5	Comparative Example 1	Comparative Example 2
B	1050	4.6	5.2	8.0	7.0	8.3	88.5	50.2
Na	7260	7.8	8.0	1.6	2.1	6.5	15.9	13.6
Al	1250	6.8	7.6	8.3	9.5	1.2	756.0	64.5
K	65800	0.8	0.8	0.8	0.8	0.4	12.2	11.0
Ca	14500	8.0	8.0	6.0	7.2	5.0	18.3	15.7
Cr	8450	3.0	2.6	0.8	1.2	1.0	1620.0	13.8
Fe	24320	8.1	9.0	1.3	2.1	9.0	9295.0	1260.0
Ni	67800	9.5	5.0	1.8	1.8	1.9	1740.0	42.5
Cu	148400	7.1	8.5	1.5	1.9	4.7	32650.0	324.0
Zn	2400	1.2	1.5	0.8	(*1)	0.8	20.5	6.5

Note: The values in the table are represented in the unit of $\times 10^{10}$ atoms/cm²

(*1): $8 \times 10^9 - 8 \times 10^{10}$

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-169233

(P2000-169233A)

(43)公開日 平成12年6月20日(2000.6.20)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 4 B 35/565		C 0 4 B 35/56	1 0 1 X 4 G 0 0 1
H 0 1 L 21/304	6 4 7	H 0 1 L 21/304	6 4 7 A
	6 4 8		6 4 7 Z
			6 4 8 H

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平10-348701

(22)出願日 平成10年12月8日(1998.12.8)

(71)出願人 000005278

株式会社ブリヂストン

東京都中央区京橋1丁目10番1号

(72)発明者 大月 正珠

東京都武蔵村山市中藤3-36-5

(72)発明者 和田 宏明

神奈川県川崎市中原区下小田中6-1-1
-203

(74)代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

Fターム(参考) 4G001 BB22 BB71 BC71 BD21 BD38

(54)【発明の名称】 炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法

(57)【要約】

【課題】 半導体各種部材及び電子部品に応用可能にすべく、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に存在する有機及び無機不純物を、簡易に洗浄除去することができる炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法を提供すること。

【解決手段】 炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、有機アンモニウム水溶液に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項2】 炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、アンモニウム水溶液に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項3】 炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、アンモニウム水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項4】 少なくとも1つの工程が、液に超音波振動を加えながら行うことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項5】 少なくとも1つの工程の液の温度が、30℃以上であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項6】 準水系有機溶剤が、石油系炭化水素、有機酸エステル、及びグリコールエーテル、これらの混合溶剤、又はこれら溶剤或いは混合溶剤と界面活性剤との混合物であることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項7】 無機酸水溶液が、フッ酸水溶液、硝酸水溶液、硫酸水溶液、塩酸、過酸化水素水、オゾン水、又はこれらの混合酸水溶液であることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【請求項8】 アンモニウム水溶液が、ハロゲン化テトラアルキルアンモニウム水溶液、過塩素酸テトラアルキルアンモニウム水溶液、アンモニア水、又はこれらと過酸化水素水との混合水溶液であることを特徴とする請求項2～7のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体各種部材及び電子部品用途向け炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法に関する。詳しくは、高純度が要求されるダミーウエハ、ターゲット、発熱体等に関する半導体製造用途炭化ケイ素焼結体の有機物汚染、金属元素汚染、及びパーティクル汚染の除去方法に関する。

【0002】

【従来の技術】炭化ケイ素は、共有結合性の強い物質であり、従来より高温強度性、耐熱性、耐摩耗性、耐薬品性等の優れた特性を生かして多くの用途で用いられてきた。それらの利点が着目され、最近では電子分野、情報

分野、半導体分野への応用が期待されている。

【0003】半導体シリコン集積回路の高集積化、及びそれに付随した細線化に伴って、これらの分野で用いられる半導体各種部材及び電子部品は、高純度化、高密度化が要求されるため、非金属系焼結助剤を用いたホットプレス焼結法や反応焼結法が鋭意研究されている。しかしながら、これらの焼結法で得られた炭化ケイ素焼結体は、高純度化、高密度化でありながら製造前後のプロセス（焼結、加工、及びハンドリング等）で、表面及び表面近傍に汚染を受けているのが現状である。

【0004】このため、炭化ケイ素焼結体を半導体各種部材及び電子部品に応用するためには、即ちコンタミネーション、パーティクル等の汚染を防ぐためには、表面洗浄によるシリコンウエハ並みの表面純度の達成が必要不可欠である。

【0005】炭化ケイ素焼結体の洗浄方法に関する報告としては、(1)登録181841号では、酸洗浄後、1200℃以上の温度で酸化処理し、その後窒素雰囲気中で表面処理する方法が、(2)特開平5-17229号ではシリカ砥粒でブラスト洗浄した後に、フッ酸及び硝酸の混酸で湿式洗浄する方法が、(3)特開平6-77310号では、フッ酸水溶液に浸清洗浄した後、超純水で濯ぎ、更に酸素・ハロゲンガスで乾式洗浄した後に、酸素処理する方法が、(4)焼結後の、高純度化は非常に困難なことから、多孔質炭化珪素成形時にハロゲン化水素ガス及び無機酸洗浄処理をして一旦高純度化した後、二次焼結する方法（特開昭55-158622号、特開昭60-138913号、特開昭64-72964号）等が報告されている。

【0006】以上の方法は、簡易に湿式洗浄するだけではなく、酸化処理、ブラスト洗浄、二次焼結等の処理が必要で工程が複雑になり、優れた洗浄法であるとは言い難い。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記事実を考慮してなされたものであり、本発明の目的は、半導体各種部材及び電子部品に用いられるよう、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に存在する有機及び無機不純物を、簡易に洗浄除去することができる炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討した結果、半導体各種部材及び電子部品に応用可能な高密度、高純度の炭化ケイ素焼結体であっても、工程汚染等で表面及び表面近傍の有機及び無機不純物濃度が著しく上がり、半導体各種部材及び電子部品に応用し難いことに着目し、簡易に有機及び無機不純物を洗浄除去する方法を見出した。即ち、本発明は、

【0009】<1>炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、及び

10

20

30

40

50

純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0010】<2>炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、アンモニウム水溶液に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0011】<3>炭化ケイ素焼結体を、準水系有機溶剤に浸漬する工程、無機酸水溶液に浸漬する工程、アンモニウム水溶液に浸漬する工程、及び純水に浸漬する工程、で順次処理することを特徴とする炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0012】<4>少なくとも1つの工程が、液に超音波振動を加えながら行うことを特徴とする前記<1>～<3>のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0013】<5>少なくとも1つの工程の液の温度が、30℃以上であることを特徴とする前記<1>～<4>のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0014】<6>準水系有機溶剤が、石油系炭化水素、有機酸エステル、及びグリコールエーテル、これらの混合溶剤、又はこれら溶剤或いは混合溶剤と界面活性剤との混合物であることを特徴とする前記<1>～<5>のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0015】<7>無機酸水溶液が、フッ酸水溶液、硝酸水溶液、硫酸水溶液、塩酸水溶液、過酸化水素水、オゾン水、又はこれらの混合酸水溶液であることを特徴とする前記<1>～<6>のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0016】<8>アンモニウム水溶液が、ハロゲン化テトラアルキルアンモニウム水溶液、過塩素酸テトラアルキルアンモニウム水溶液、アンモニア水、又はこれらと過酸化水素水との混合水溶液であること特徴とする前記<2>～<7>のいずれかに記載の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法。

【0017】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法は、炭化ケイ素焼結体を、半導体各種部材及び電子部品に应用可能な、表面洗浄度（不純物付着量）を 1×10^{11} atoms/cm² 未満のレベルまでにすることができ。

【0018】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法は、全洗浄液が、水に可溶或いは濯ぎ可能な薬液により構成されており、洗浄工程の途中で乾燥プロセス等が不要であるため、全プロセスを簡略化できる利点がある。

【0019】

【発明の実施の形態】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法は、炭化ケイ素焼結体（以下、被洗浄体とすることがある。）を、準水系有機溶剤に浸漬する工程と、

無機酸水溶液に浸漬する工程と、純水に浸漬する工程と、で順次処理する方法である。これらの工程を、この順番で行うことで、まず準水系有機溶剤により表面の有機物（例えば油膜、指紋、ワックス）が除去され、その上で無機酸水溶液による表面及び表面近傍の金属元素を除去することが可能となる。また、アンモニウム水溶液に浸漬する工程を、上記工程間に行うこと、用いた有機溶剤及びパーティクルがより除去し易くなり好適である。

【0020】前記準水系有機溶剤に浸漬する工程は、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に付着した有機物を除去する工程である。

【0021】前記準水系有機溶剤とは、水に可溶な有機溶剤及びそれ自体が水に不溶であるが水による洗浄で容易に除去できるものを示す。即ち、本発明において、準水系有機溶剤とは、水に可溶なもの他、水不溶性溶剤に親水性基を部分的に導入したもの、或いは予め界面活性剤を添加したものも含む。前記準水系有機溶剤として具体的には、石油系炭化水素、有機酸エステル、グリコールエーテル、これらの混合溶剤、及びこれら溶剤或いは混合溶剤と界面活性剤との混合物等が挙げられる。該混合溶剤及び混合物としては、石油系炭化水素と有機酸エステル又はグリコールエーテルとの混合溶剤、石油系炭化水素と有機酸エステル又はグリコールエーテルと界面活性剤との混合物、石油系炭化水素と界面活性剤との混合物、有機酸エステルと界面活性剤との混合物等が挙げられる。

【0022】前記石油系炭化水素としては、ナフテンやヘキサンに代表される脂肪族炭化水素等が挙げられる。

【0023】前記有機酸エステルとしては、脂肪酸エステル（例えば、脂肪酸メチルエステル等）、グリセリンエステル、ソルビタンエステル等が挙げられる。

【0024】前記グリコールエーテルとしては、プロピレングリコールエーテル、プロピレングリコールメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル等が挙げられる。

【0025】前記界面活性剤としては、所望の目的を果たす界面活性剤ならば特に制限はないが、ポリオキシエチレン脂肪酸メチル、アルキルアミンオキサイド、ポリオキシアルキレングリコール、アルキルアミンのエチレンオキシド或いはプロピレンオキシド付加体等のノニオン系界面活性剤が好適である。

【0026】前記準水系有機溶剤に浸漬する工程において、炭化ケイ素焼結体を浸漬する時間は、付着している有機物の量や種類にもよるが、2分～60分が好ましく、10分～30分がより好ましく、10分～15分がさらに好ましい。

【0027】前記準水系有機溶剤に浸漬する工程において、付着している有機物の溶解力を大きくする観点から、50～70℃に加熱して行うことが効果的である。

【0028】前記無機酸水溶液に浸漬する工程は、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍の金属不純物を除去する工程である。

【0029】前記無機酸水溶液としては、フッ化水素酸水溶液、硝酸水溶液、硫酸水溶液、塩酸水溶液、過酸化水素水、オゾン水及びこれらの混合酸水溶液が挙げられる。前記混合酸水溶液としては、フッ硝酸水溶液、フッ硝酸と硫酸との混合酸水溶液、フッ酸と塩酸との混合酸水溶液等が挙げられる。

【0030】前記無機酸水溶液の濃度としては、0.3 10 ～68重量%が好ましく、1～40重量%がより好ましく、5～10重量%がさらに好ましい。この濃度が0.3重量%未満であると、金属不純物除去効果が不十分となることがあり、68重量%を超えると、被洗浄物表面の粗度を低下させることがある。

【0031】前記無機酸水溶液は、一旦溶出した金属イオンの再付着を防止する目的で、ノニオン系界面活性剤を添加してもよい。該ノニオン系界面活性剤としては、前記挙げたものと同様である。

【0032】前記無機酸水溶液に浸漬する工程において、炭化ケイ素焼結体を浸漬する時間は、5分～120 20 分が好ましく、10分～60分がより好ましく、20分～30分がさらに好ましい。

【0033】前記純水に浸漬する工程は、前記各工程で使用した溶剤、水溶液によって炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に付着した残留成分を除去する工程である。

【0034】前記純水としては、純度が100ppm 30 以下のレベルで、且つ比抵抗が16～18MΩのものが好ましく、純度が10ppm未満のものであればより好ましい。

【0035】前記純水に浸漬する工程は、常に新液によって洗浄されるように、オーバーフロー方式で行うことが好適である。

【0036】前記アンモニウム水溶液に浸漬する工程は、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に微量に付着していると推測される前工程の有機溶剤をその界面活性効果で除去する、及びパーティクルを除去する工程である。

【0037】前記アンモニウム水溶液としては、アルキル 40 アミンオキサイドやアルキルアミン等のエチレンオキシド或いはプロピレンオキシド付加重合体の水溶液、ハロゲン化テトラアルキルアンモニウム（例えば、ハロゲン化テトラメチルアンモニウム等）や過塩素酸テトラアルキルアンモニウム等の4級アンモニウム塩の水溶液、アンモニア水、及びこれらと過酸化水素水との混合水溶液等が挙げられる。これらの中でもハロゲン化テトラアルキルアンモニウムや過塩素酸テトラアルキルアンモニウム等の4級アンモニウム塩水溶液、アンモニア水が好ましい。

【0038】前記アンモニウム水溶液は、種類等によって異なるが、通常は表面張力が25～35dyne/cmのものを用いるのが好適である。

【0039】前記アンモニウム水溶液は、1種単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。

【0040】前記アンモニウム水溶液に浸漬する工程において、炭化ケイ素焼結体を浸漬する時間は、5分～120分が好ましく、10分～60分がより好ましく、20分～30分がさらに好ましい。

【0041】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法において、被洗浄物に物理的な振動を与えることでの表面及び表面近傍に存在する不純物がより溶解し易くなる観点から、前記各工程の少なくとも1つの工程は、水溶液に超音波振動を照射しながら行うことが好適であり、被洗浄物を振動させながら或いは超音波周波数をスイープさせながら行ってもよい。これは、特に無機酸水溶液に浸漬する工程で行うと効果的である。

【0042】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法は、各種不純物、付着物の溶解能を向上させるため、前記各工程の少なくとも1つの工程の溶剤又は水溶液の温度を、好ましくは30℃以上、さらに好ましくは40℃ 以上、特に好ましくは50℃以上にして行うことが好適である。この温度の上限は、用いる溶剤、水溶液の沸点以下である。これは、特に準水系有機溶剤に浸漬する工程で行うと効果的である。

【0043】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法は、前記各工程間に、洗浄水に浸漬する工程を行ってもよい。この洗浄水に浸漬する工程を行うと、例えば、準水系有機溶剤に浸漬する工程を経た後、被洗浄体に付着した溶剤を簡単に洗い流すことができるので、次に行う工程の水溶液を汚染し難くなる。

【0044】前記洗浄水としては、前記純水、蒸留水、イオン交換水等挙げられるが、洗浄水に浸漬する工程による被洗浄体の逆汚染を防止する観点から、前記純水が好ましい。

【0045】前記洗浄水に浸漬する工程において、炭化ケイ素焼結体を浸漬する時間は、2分～60分が好ましく、5分～30分がより好ましく、10分～20分がさらに好ましい。

【0046】前記洗浄水に浸漬する工程は、常に新液によって洗浄されるように、オーバーフロー方式で行ってもよい。

【0047】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法において、被洗浄体としての炭化ケイ素焼結体は、半導体各種部材及び電子部品に使用し得る高密度、高純度のものであれば、特に限定しないが、例えば、非金属助剤を用いてホットプレス焼結した炭化ケイ素焼結体、本願出願人が先に特願平10-67565号に記載の炭化ケイ素焼結体等が挙げられる。

50 【0048】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法

に用いられる装置及び器具としては、耐薬品性に優れる塩化ビニル（PVC）製が好適であり、特に高純度化処理されたPVCが好適である。超音波発生装置、及びヒーター等は、その表面にテフロン加工を施したものが好適である。

【0049】本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法によって得られた炭化ケイ素焼結体は、半導体各種部材及び電子部品等に好適に使用することができるが、半導体各種部材としては、ダミーウエハ、ヒーター、プラズマエッチング電極、イオン注入装置ターゲット等の高純度及びパーティクルフリーが望まれる部材が挙げられる。

【0050】

【実施例】以下に、本発明の実施例を示すが、本発明は、これら実施例に何ら制限されない。（被洗浄体）以下に示す実施例及びに用いた被洗浄体（炭化ケイ素焼結体）は、全て同一の試料使用して評価した。この被洗浄体は $40 \times 40 \times 2$ tの平版である。この平版は片面は粗研磨、もう一方の面は鏡面であり、洗浄前の表面清浄度（不純物付着量）は、 $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{16}$ atoms/cm²であった。

【0051】（表面清浄度（不純物付着量）の測定）表面清浄度（不純物付着量）の測定は、軽元素（B、N、Al）は、フッ硝酸及び硝酸を各1%含む水溶液を用いて被洗浄体表面を洗い流して不純物を抽出し、この水溶液をICP-MS（「Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer（誘導結合プラズマ質量分析装置）」）で分析した。その他の元素は、純水水溶液に浸漬、乾燥した後、TXRF（「Total Reflection X-Ray Fluorescence meter（全反射蛍光X線分析装置）」）で分析した。なお、TXRFで分析する際、シリコンにおける相対感度係数を使用した。また、ICP-MS分析値とTXRF分析値とがほぼ等しいことは、K、Cr、Fe、Ni、Cu、Znの分析値で確認している。

【0052】〔実施例1〕被洗浄体を、準水系有機溶剤（石油系炭化水素、有機酸エステル及びノニオン系界面活性剤の混合溶剤）の原液に、50℃で超音波（100V-26±2kHz）を照射しながら15分浸漬し、水濯ぎを行い、次にフッ硝酸水溶液（38%フッ酸：68%硝酸：水=1：1：20）に30分浸漬し、さらに純水に浸漬した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $8 \times 10^9 \sim 1 \times 10^{11}$ atoms/cm²であり、詳しくは表1に示す。また、上記各処理

は、準水系有機溶剤に浸漬する処理以外は、水溶液の温度を、常温にして行った。

【0053】〔実施例2〕被洗浄体を、グリコールエーテルに20分浸漬し、4級アンモニウム塩水溶液に30分浸漬し、フッ硝酸水溶液（38%フッ酸：68%硝酸：水=1：1：20）に30分浸漬し、さらに純水に浸漬した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $8 \times 10^9 \sim 9 \times 10^{10}$ atoms/cm²であり、詳しくは表1に示す。また、上記各処理は、溶剤、水溶液の温度を、常温にして行った。

【0054】〔実施例3〕実施例1において、各処理で超音波（100V-26±2kHz）を照射する以外は、実施例1同様に処理した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $8 \times 10^9 \sim 9 \times 10^{10}$ atoms/cm²であり、詳しくは表1に示す。

【0055】〔実施例4〕実施例1において、各処理で溶剤、水溶液の温度を、70℃にした以外は、実施例1同様に処理した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $8 \times 10^9 \sim 1 \times 10^{11}$ atoms/cm²未満であり、詳しくは表1に示す。

【0056】〔実施例5〕被洗浄体を、準水系有機溶剤（石油系炭化水素、有機酸エステル及びノニオン系界面活性剤の混合溶剤）の原液に、50℃で超音波（100V-26±2kHz）を照射しながら15分浸漬し、4級アンモニウム塩水溶液に30分浸漬し、フッ酸/硝酸/硫酸水溶液（38%フッ酸：68%硝酸：98%硫酸：水=1：1：1：20）に30分浸漬し、さらに純水に浸漬した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $4 \times 10^9 \sim 9 \times 10^{10}$ atoms/cm²未満であり、ここで得られたZn及びCrの分析値はTXRFの検出下限値である。詳しくは表1に示す。また、上記各処理は、準水系有機溶剤に浸漬する処理以外は、水溶液の温度を、常温にして行った。

【0057】〔比較例1〕実施例1において、フッ硝酸水溶液に浸漬しない以外は、実施例1同様に処理した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $1 \times 10^{11} \sim 1 \times 10^{13}$ atoms/cm²未満であり、詳しくは表1に示す。

【0058】〔比較例2〕実施例1において、準水系有機溶剤に浸漬しない以外は、実施例1同様に処理した後、表面清浄度の測定を行った。被洗浄体の表面清浄度は、 $1 \times 10^{10} \sim 1 \times 10^{14}$ atoms/cm²未満であり、詳しくは表1に示す。

【0059】

【表1】

不純物	未洗浄	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2
B	1050	4.6	5.2	8.0	7.0	8.3	88.5	50.2
Na	7260	7.8	8.0	1.6	2.1	6.5	15.9	13.6
Al	1250	8.8	7.6	8.3	9.5	1.2	756.0	64.5
K	65800	0.8	0.8	0.8	0.8	0.4	12.2	11.0
Ca	14500	8.0	8.0	6.0	7.2	5.0	18.3	15.7
Cr	8450	3.0	2.6	0.8	1.2	1.0	1620.0	13.6
Fe	24320	8.1	9.0	1.3	2.1	9.0	9295.0	1260.0
Ni	67800	9.5	5.0	1.8	1.8	1.9	1740.0	42.5
Cu	148400	7.1	6.5	1.5	1.9	4.7	32650.0	324.0
Zn	2400	1.2	1.5	0.8	(*1)	0.6	20.5	6.5

注)表中の数字の単位は、 $\times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$

(*1): $8 \times 10^9 \sim 8 \times 10^{10}$

【0060】表1より、本発明の炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄処理を行ったものは、半導体各種部材及び電子部材に応用可能な、 $1 \times 10^{11} \text{ atoms/cm}^2$ 未満のレベルの表面洗浄度であることがわかる。特に硫酸を併用した実施例5は、特にAlの除去に効果が表れた。

【0061】

【発明の効果】以上により、本発明は、炭化ケイ素焼結体の表面及び表面近傍に存在する有機及び無機不純物を、簡易に洗浄除去することができる炭化ケイ素焼結体の湿式洗浄方法を提供することができる。